

⑨ 日本国特許庁(JP) ⑩ 特許出願公開
 ⑬ 公開特許公報(A) 昭60-211061

⑤ Int.Cl.⁴
 C 23 C 8/36

識別記号 庁内整理番号
 8218-4K

④ 公開 昭和60年(1985)10月23日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑭ 発明の名称 アルミニウム材のイオン窒化方法

⑮ 特 願 昭59-68208

⑯ 出 願 昭59(1984)4月5日

⑰ 発 明 者 太 刀 川 英 男 愛知県愛知郡長手町大字長湊字横道41番地の1 株式会社
 豊田中央研究所内
 ⑰ 発 明 者 鈴 木 隆 敏 愛知県愛知郡長手町大字長湊字横道41番地の1 株式会社
 豊田中央研究所内
 ⑰ 発 明 者 藤 田 浩 紀 愛知県愛知郡長手町大字長湊字横道41番地の1 株式会社
 豊田中央研究所内
 ⑰ 発 明 者 新 井 透 愛知県愛知郡長手町大字長湊字横道41番地の1 株式会社
 豊田中央研究所内
 ⑰ 出 願 人 株式会社豊田中央研究 愛知県愛知郡長久手町大字長湊字横道41番地の1
 所
 ⑰ 代 理 人 弁理士 高橋 祥泰 外2名

明 細 書

1 発明の名称

アルミニウム材のイオン窒化方法

2 特許請求の範囲

(1) 密閉容器内に被処理材としてのアルミニウムおよびアルミニウム合金製部材を配置する工程と、

上記密閉容器内に残存する酸素ガスを除去する酸素ガス除去工程と、上記密閉容器内に昇温用ガスを導入すると共に放電を行なうことにより被処理材の表面を所定の窒化温度に加熱する昇温工程と、上記密閉容器内に活性化用ガスを導入すると共に放電を行なうことにより被処理材の表面を活性化する活性化工程と、

上記密閉容器内に窒化系ガスを導入すると共に上記密閉容器内にグロー放電を発生させて上記被処理材の表面をイオン窒化するイオン窒化工程とより成ることを特徴とするアルミニウムおよびア

ルミニウム合金のイオン窒化方法。

(2) 活性化工程における活性化ガスは、希ガスであることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載のアルミニウムおよびアルミニウム合金のイオン窒化方法。

(3) イオン窒化工程における窒化温度は、300℃ないし550℃であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載のアルミニウムおよびアルミニウム合金のイオン窒化方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は、アルミニウムおよびアルミニウム合金のイオン窒化方法に関するものである。

アルミニウムおよびアルミニウム合金(以下、アルミニウム材という)は、硬度が低く耐摩耗性に乏しいため、従来よりこれら性質の向上を図るべく表面処理技術の開発が行なわれてきた。ところが、アルミニウム材は、空気中の酸素との親和力が強く、酸素と容易に結合して極めて安定で、かつ、緻密な薄いアルミナ(Al_2O_3)の層を形成

してしまう。そのため、この表面処理は、鉄系金属に比して、その方法が限られており、実際は陽極酸化法によるアルミナ被膜の形成等の表面処理が実用に供されているに過ぎないのである。しかし、このアルミナ被膜の硬度は、処理条件により異なるが、大略ビッカース硬度が200~600と必ずしも充分な耐摩耗性を有するものではない。

ところで、アルミナ被膜以上の高い硬度を持つ被膜として、アルミニウムの窒化物 (AlN) がある。この窒化アルミニウムは、非常に高温 (2000℃以上) まで安定であり、耐摩耗性に優れ、熱伝導度が大きくかつ絶縁性に優れているため、大変有用である。

アルミニウムは、窒素との親和力も強く、窒素と容易に結合して窒化アルミニウムを形成する。そのため、アルミニウム材の表面に窒化アルミニウムを形成する技術の開発が種々行なわれている。例えば、アルミニウム材 (被処理材) の一部を溶融して窒化する方法 (溶融法) や、反応性スパッタリング或いは反応性蒸着法等による試みがなさ

れている。しかし、これら方法のうち、溶融法では、溶融に伴い被処理材の変形があり、また得られる窒化アルミニウム層部の硬さもHVが200以下と低い。また、反応性スパッタリング或いは蒸着法等は、形成された窒化アルミニウム層部と被処理材との密着性等に問題があり、また大量処理が難しく処理コストが大変高い。

また、この様な中で、大量処理が可能で被処理材を溶融することがなく、かつ耐摩耗性に優れた窒化アルミニウム層を形成できる方法として、従来より鉄系金属材料の窒化処理に用いられてきたイオン窒化方法の適用が試みられたが、前述した如く、被処理材の表面に形成されたアルミナ層のために困難とされていた。

即ち、アルミニウム材の板状、棒状などの形状の被処理材の窒化処理は、前述した如く窒化処理以前に酸素と反応して被処理材表面にアルミナ (Al_2O_3) が形成されてしまうために、もっぱらアルミニウムまたはアルミニウム合金の粉末を窒素あるいはアンモニア雰囲気中で加熱する方法に依

存している。しかし、この方法は、多大な費用と時間を要するのみならず、板状、棒状等の形状のアルミニウムおよびアルミニウム合金に直接窒化処理を行なうことは著しく困難であった。

そこで、本発明者等は、上述の様な従来の窒化処理の問題に鑑み、これを解決すべく各種の研究を重ねた結果、本発明を成すに至ったものである。

本発明の目的は、アルミニウム材の耐摩耗性を向上させる表面処理方法を提供するにある。

また、アルミニウム材の表面に高い硬度を持つ被膜層を形成する表面処理方法を提供するにある。

更に、アルミニウム材の溶体化温度以下という低温度領域においてもイオン窒化処理を可能にする方法を提供するにある。

即ち、本発明のアルミニウムおよびアルミニウム合金のイオン窒化方法は、密閉容器内に被処理材としてのアルミニウムおよびアルミニウム合金製部材を配置する工程と、

上記密閉容器内に残存する酸素ガスを除去する酸素ガス除去工程と、

上記密閉容器内に昇温用ガスを導入すると共に放電を行なうことにより被処理材の表面を所定の窒化温度に加熱する昇温工程と、

上記密閉容器内に活性化用ガスを導入すると共に放電を行なうことにより被処理材の表面を活性化する活性化工程と、

上記密閉容器内に窒化系ガスを導入すると共に上記密閉容器内にグロー放電を発生させて上記被処理材の表面をイオン窒化するイオン窒化工程とより成ることを特徴とするものである。

本発明によれば、被処理材としてのアルミニウム材の表面に、高い硬度を持ち耐摩耗性に優れた窒化アルミニウム層を形成することができる。

また、被処理材表面に形成された窒化アルミニウム層は、比較的均一であり、密着性のよい被膜層である。

更に、本発明により、イオン窒化処理をアルミニウム材の溶体化温度 (約550℃) 以下の温度で行なうことができる。従って、これにより、被処理材を変形させることなく窒化処理を施すこと

ができる。

以下、本発明をより詳細に説明する。

まず、被処理材としてのアルミニウムおよびアルミニウム合金部材を密閉容器内に設けられた基台または吊り具等の治具に配置する（被処理材配置工程）。ここで、用いるアルミニウム合金は、アルミニウムを主な組成成分とし、クロム、銅、マグネシウム、マンガン、ケイ素、ニッケル、鉄、亜鉛等の一種又は二種以上含むものである。

次に、該密閉容器を密閉した後、該容器内に残存する酸素ガスを除去する（酸素ガス除去工程）。この酸素ガスの除去は、ロータリーポンプ、拡散ポンプ等の真空ポンプを用い、減圧—導入ガスに置換—減圧を繰り返し行なう。この際、導入ガスは、水素ガス、希ガス等を用いる。また、減圧は、 10^{-3} トール以下であることが好ましい。 10^{-3} トールを超えた場合、密着性に優れた窒化アルミニウム層の形成が困難となるためである。更に、拡散ポンプ等を用いて 10^{-5} トール以下とした場合、より密着性に優れた被膜層を形成することができる。

放電が直流グロー放電による場合には 10^{-2} ～ 10^{-1} トールが、交流グロー放電による場合には 10^{-3} ～ 10^{-1} トールがそれぞれ好ましい。それは、この圧力範囲より小さい場合、放電が不安定となり、また、大きい場合被処理材の温度分布が不均一になるのとともに好ましくないからである。

また、この昇温工程では、被処理材の表面温度を所定の窒化温度に加熱するとしたが、後述する活性化工程において昇温を行なう場合には、略この昇温分を差引いた温度まで昇温すればよい。

次に、上記密閉容器内に活性化用ガスを導入すると共に放電を行なうことにより被処理材の表面を活性化する（活性化工程）。この活性化工程は、該活性化処理後の窒化処理の反応速度を促進するための前処理であって、窒化処理の際に窒化アルミニウムが形成され易くなる様に被処理材の表面を活性化することを目的とする。即ち、被処理材の表面に存在しバリアー層を形成して窒化を抑制する物質の除去または変質（窒化反応の妨げとならない状態にすること）により、窒化反応を促進

るのでより好ましい。また、この減圧に際し、炉内に設けた加熱ヒータ等を用いて炉内を加熱するとよい。

次に、減圧した密閉容器内に昇温用ガスを導入するとともに放電を行なうことにより被処理材の表面を所定の窒化温度に加熱する（昇温工程）。該昇温工程において用いる昇温用ガスは、水素ガス、窒素ガスまたはヘリウムガス等の希ガスであることが好ましい。該昇温工程でこれらの昇温用ガスを用いるのは、昇温の際に被処理材のイオン衝撃による損傷を必要最小限度におさえ加熱を促進するためである。更に、放電により昇温用ガスがイオン化され、加速された粒子が被処理材表面に衝突して、被処理材表面の炭素、油等の有機物から成る物質の清浄化をすることができる。この放電は、直流グロー放電、高周波等の交流グロー放電等を用いる。尚、直流グロー放電は、低価格で構成でき、昇温能力が大であるので好ましい。

また、この昇温工程における密閉容器の圧力は、 10^{-3} ～ 10^{-1} トールであることが好ましい。特に、

するものである。窒化反応を抑制する物質としては、酸化物（ Al_2O_3 ）や昇温工程における被処理材表面の清浄化作用によっては取り除くことができなかった有機物等の付着物等がある。これら物質のうち、酸化アルミニウム（ Al_2O_3 ）は、アルミニウムと酸素との親和力が強いために容易に結合し、安定でかつ緻密な薄い（数 μm ）層として室温放置状態で容易に被処理材表面に形成されてしまう。このアルミナ被膜層の除去は、前記昇温工程においては十分に行ない得ず、本工程において活性化ガスのイオン衝撃によりこれを減少・除去するか或いは変質させ、被処理材表面を活性化する。

該活性化工程において用いる活性化用ガスは、ヘリウム（He）、ネオン（Ne）、アルゴン（Ar）、クリプトン（Kr）、キセノン（Xe）、ラドン（Rn）の一種または二種以上からなる希ガスであることが好ましい。これら希ガスを用いることにより、被処理材表面の高活性化を効率的に行なうことができる。

また、この活性化工程は通常は、直流グロー放電、または高周波放電等の交流グロー放電等を用いるが、イオンビームスパッタリングを用いてもよい。この中でも、直流グロー放電の場合には、低価格で構成でき、窒化抑制物質除去効率がよく、昇温能力も大であるので好ましい。

更に、該活性化工程における密閉容器の圧力は、 10^{-3} ~ 10^{-1} トールであることが好ましい。特に、放電が直流グロー放電による場合には 10^{-3} ~ 10^{-1} トールが、交流グロー放電による場合には 10^{-3} ~ 10^{-1} トールであることが好ましい。それは、この圧力範囲より小さい場合、アーク発生等があり放電不安定となり、また、大きい場合には窒化抑制物質の除去能力が低くなりともに好ましくないからである。

ここで、該活性化工程に際し、放電を継続したまま活性化ガスに切替えるが、昇温用ガスの導入停止と同時に一度放電を止め、昇温用ガスの排気を行なった後、活性化ガスを所定の圧力まで導入し、放電を再開する方法を採ってもよい。

度がはやく、また、密閉容器内壁の腐食等の不具合がないからである。

また、グロー放電は、直流または交流グロー放電を用いる。

更に、該イオン窒化工程における密閉容器の圧力は、 10^{-1} ~ 10^{-3} トールであることが好ましい。該範囲より小さい場合、窒化アルミニウムの形成速度即ち窒化速度が遅く、また大きい場合には放電不安定となり好ましくないからである。

また、該イオン窒化工程における処理温度は、 300 ないし 550°C の温度範囲内である。処理温度をこの温度範囲内としたのは、 300°C 未満の場合には窒化速度が遅く、また、 550°C を越えた場合には被処理材の溶融がみられ、それに伴う変形（寸法変化、歪み発生等）がおこり、更に高温の場合には冷却過程で窒化アルミニウム層の剥離が発生し易くなるためである。尚、該処理温度は 450°C ないし 520°C であることがより好ましい。

以下、本発明の実施例を説明する。

また、該活性化工程において、必要に応じ昇温を行なってもよい。

更に、該活性化工程は、後述するイオン窒化工程の前処理であるので、前記昇温工程より前に行なってもよい。この場合、昇温工程の昇温にかかる時間が長い場合には活性化処理の効果が低下するので好ましくない。これは、昇温工程を行なう間に、密閉容器内に残存する微量の酸素及び雰囲気（昇温ガス）中の微量の酸素或いは酸化性ガスにより被処理材表面にアルミナ被膜が形成されてしまうためである。

次に、密閉容器内に窒化系ガスを導入すると共に該密閉容器内にグロー放電を発生させて被処理材表面の窒化処理を行なう（イオン窒化工程）。

該イオン窒化工程において用いる窒化系ガスは、窒素（ N_2 ）または窒素を主体としたガス、例えばアンモニア（ NH_3 ）或いは窒素（ N_2 ）と水素（ H_2 ）の混合ガス等を用いる。この場合、窒素の含有量の高いガスであることが好ましい。それは、高純度窒素を用いた場合、窒化アルミニウムの形成速

実施例 1

本発明のイオン窒化方法によりアルミニウムに窒化アルミニウム層を形成し、該窒化アルミニウム層の層厚を測定した。

以下、その詳細を説明すると、本実施例においては、第1図に概略図を示すイオン窒化装置を用いた。この装置は、ステンレス製の密閉容器1と、この密閉容器1の中央に設けられた基台2とを主な構成要素とする。この密閉容器1は、蓋体1aと反応炉本体1bとからなり、蓋体1aには、窓11が設けられ、また反応炉本体1bの内部側周には予備加熱用ヒータ12、更にその内側にステンレス製隔壁板13が設けられている。更に、この密閉容器1の底部にはガス導入管14およびガス導出管15、基台2の支持柱21の内部に冷却水を送る冷却水管16および水銀マンオメータ圧力計17が取り付けられている。

ガス導入管14は、コントロールバルブを介して高純度窒化ガスボンベ、高純度水素ガスボンベ（共に図示せず）に連結されている。また、ガス

導出管15には真空ポンプ3が接続されている。

そして、陽極13との基台2の間に陰極として直流電源回路4が形成されている。この直流電源回路4は、内部の被処理材温度を測定する2色温度計41からの入力により電流制御され、被処理材の温度を一定範囲に保つ働きをする。

本実施例では、被処理材として2個の工業用純アルミニウム（アルミニウム分99.5%以上；外径19mm、厚さ1.0mmの円板）を用い、基台2の上に第1図に示す様に配置した。

本装置でのイオン窒化は、先ず基台2の上に前記被処理材を配置し、密閉容器を密閉した後、真空ポンプ3により残留ガス圧を 10^{-3} トルになるまで減圧した。更に、予備加熱ヒータ12で真空引きしながら、炉壁を30分間加熱した。加熱後、ただちに水素ガスを4トルまで入れ、ガスを水素ガスに置換し、更に 10^{-3} トルまで減圧した。このように水素ガスによる置換を2〜3回繰り返す、炉内の残留酸素ガスを可能な限り取り除くようにした。

5時間行なった。尚、アルゴンガスから窒素ガスへの転換の際は、放電は持続させることが望ましい。

窒化処理後、放電を止め、被処理材を減圧下（ 10^{-3} トル）で冷却した。そして、被処理材の温度が50℃以下になるのを確認して被処理材を炉より取り出した。得られた被処理材表面には、黒色の層が形成されていた。

得られたそれぞれの黒色層について、X線回折法による物質同定の結果、何れもウルツ鉱型の窒化アルミニウム（Al₃N）であることが確認された。

次に、被処理材表面に形成された黒色層の層厚測定および表面硬度測定試験を行なった。その結果を第1表に示す。また、窒化温度500℃で処理した試験番号6の被処理材を切断した。その断面の組織を示す顕微鏡写真（倍率1000倍）を第2図に示す。更に、この断面の元素分析をEPMA分析法により行なった。その結果を第3図に示す。これらにより、表面層が硬質な窒化アルミニウムであることが確認された。

次に、 10^{-3} トルまで減圧した炉内に水素ガスを流し、同時に真空引きしながら炉内圧力を1.3トルに保つように調整した。そして、両極12と2の間に数百ボルトの直流電圧を印加し、放電を開始し、イオン衝撃による升温を行なった。被処理材表面が500℃になったところで水素ガスを止め、その後、アルゴンガスを導入した。このアルゴンガスの圧力が1トルになるように調整し、該圧力を1トルに保った状態で更に放電を2時間持続させた。この場合、水素ガスの導入停止と同様に一度放電を止め、水素ガスの排気を行なった後、アルゴンガスを所定の圧力まで導入し、放電を再開する方法を採ってもよい。

このアルゴンガス雰囲気下における放電により、被処理材表面のスパッタリングを500℃で2時間行なった後で、アルゴンガスの導入を止め、次いで窒素ガスを導入した。炉内の窒素ガスのガス圧が3.5トルになる様に窒素ガスの流量を調整し、被処理材の温度を第1表に示す所定の窒化温度にした後、その温度を保ちながらイオン窒化を

第 1 表

試験番号	活性化工程 活性化ガス	窒化温度 (℃)	層厚さ (μm)	母材硬さ (kg/mm ²)	窒化層を含む表面 硬さ (kg/mm ²)
1	Ar	300	0.2	45	55
2	〃	350	0.5	39	60
3	〃	400	0.8	37	73
4	〃	450	1.8	32	102
5	〃	475	2.5	29	265
6	〃	500	3.0	27	360
7	〃	525	5.1	27	700
8	〃	550	7.5	26	1200
9	〃	600	層の剥離あり	24	測定不可
10	〃	650	〃	23	〃
G1	H ₂	400	窒化せず	36	—
G2	〃	550	〃	25	—
G3	〃	600	〃	24	—

以下余白

尚、比較のために、活性化処理工程において用いる活性化用ガスを水素ガスとし、その他は上記と同様の方法でイオン窒化処理を行なった(試験番号01~03)。その結果、試験番号01~03ともに窒化しなかった。

実施例2

実施例1のイオン窒化処理装置を用い、工業用純アルミニウム(アルミニウム分99.5%以上; 外径19mm, 厚さ1.0mmの円板)に窒化処理を施した。

本実施例における被処理材の窒化処理は、前述した実施例1と同様であるので、実施例1との相違点を述べる。

本実施例の活性化処理工程において用いた活性化用ガスは、ヘリウム(He)ガス、ネオン(Ne)ガスおよびアルゴン(Ar)ガスである。該活性化処理工程におけるこれら導入ガスの圧力は、それぞれ0.1トールで、これら導入ガス雰囲気下における放電による被処理材表面のスパッタリングを500℃で1時間行なった。

該イオン窒化処理は、前述した実施例1と同様であるので、実施例1との相違点を述べる。

本実施例の活性化処理工程において用いた活性化用ガスはアルゴン(Ar)ガスで、導入ガスの圧力を0.6トールとし、該導入ガス雰囲気下における放電による被処理材表面のスパッタリングを500℃で1時間行なった。

イオン窒化工程は、窒化系ガスとしてそれぞれアンモニア(NH₃)ガス、窒素(N₂)と水素(H₂)との混合ガスを用い、第3表に示す処理条件において行なった。

これにより、被処理材表面にはそれぞれ窒化アルミニウム(AlN)の黒色の層が形成された。得られた窒化アルミニウム被膜層の層厚測定結果を第3表に示す。

第 3 表

試験番号	窒 化 処 理 条 件			層厚さ (μm)
	窒化系ガス	ガス圧力 (トール)	処理温度×時間 (℃×分)	
14	NH ₃	3.5	520×10	2.0
15	10N ₂ +H ₂	3.5	520×6	1.5

また、イオン窒化工程におけるイオン窒化は、500℃で5時間であった。

これにより、被処理材表面には、それぞれ黒色の層が形成された。

得られたそれぞれの黒色の層について、X線回折法により物質同定を行ない該層が窒化アルミニウム(AlN)であることを確認した。また、該窒化アルミニウム層の層厚を測定した。その結果を第2表に示す。

第 2 表

試験番号	活性化工程 活性化用ガス	層厚さ(μm)
11	He	2.1
12	Ne	2.5
13	Ar	3.2

実施例3

被処理材として工業用アルミニウム合金JIS A2017(試験番号14)およびJIS A6061(試験番号15)からなる円板状部材(外径19mm, 厚さ1.0mm)を用いイオン窒化を行なった。

実施例4

被処理材として実用アルミニウム合金2種類を用いて被処理材のイオン窒化処理を行ない、形成された窒化アルミニウム被膜層の層厚測定と耐摩耗試験を行なった。

本実施例は、イオン窒化方法及びその装置が前述した実施例1と同様であるので、実施例1との相違点を中心に詳述する。

被処理材は、実用アルミニウム合金(ジュラルミンJIS A2017; 試験番号16)およびAl-Bi合金(JIS A390; 試験番号17)からなるリング状試験部材(外径20mm, 内径10mm, 厚さ1.0mm)を用いた。

活性化処理工程では、活性化用ガスとしてアルゴン(Ar)ガスを用いた。尚、該活性化処理は、導入ガスの圧力が0.6トールで、これら導入ガス雰囲気下における放電による被処理材表面のスパッタリングを500℃で試験番号16が0.5時間、試験番号17が1時間行なった。

イオン窒化工程では、窒化系ガスとして窒素(N₂)

ガスを用い、それぞれ第4表に示す処理条件により行なった。

これにより、被処理材表面には、それぞれ窒化アルミニウム (AlN) の黒色の層が形成された。得られた窒化アルミニウム被膜層の層厚測定を行なった。その結果を第4表に示す。

第 4 表

試験番号	イオン窒化処理条件			層厚さ (μm)
	ガス圧力 (トル)	窒化温度 (°C)	処理時間 (hr)	
16	3.5	500	5.0	3.0
17	2.0	450	5.0	2.0

また、イオン窒化処理を行なった被処理材につき、耐摩耗試験を行なった。ここで、比較用として、何ら処理を施していない被処理材と同質のおのの用いて、上記と同様に耐摩耗試験を行なった。これらの結果を、試験番号16のものについては第4図に、試験番号17のものについては第5図にそれぞれ示す。同図より明らかな如く、何れも無処理のものに比べて1/5以下の摩耗量を示

し、アルミニウムの窒化が耐摩耗特性に有効であることが分る。

次に、試験番号16においてイオン窒化処理を施した被処理材について、酸化試験を行ない、酸化試験後の被処理材の耐摩耗特性を調べた。酸化試験は、大気中下で500°Cの温度に20時間加熱することにより行なった。酸化試験後の被処理材の耐摩耗試験を上記と同様の方法にて行なった。その結果、摩耗体積が0.05 mm³であり、酸化前の窒化処理材と同様の耐摩耗性を示し、酸化による窒化アルミニウム被膜層の劣化はないことが確認された。

実施例5

被処理材として工業用純アルミニウム及びAl合金を用いて被処理材のイオン窒化処理を行ない、形成された窒化アルミニウム被膜層の層厚測定と該被膜層部を含む断面の硬さ試験を行なった。

本実施例は、イオン窒化方法及びその装置が前述した実施例1と同様であるので、実施例1との相違点を中心に詳述する。

第 5 表

試験番号	被処理材 (JIS)	層厚さ (μm)	断面硬さ (Hv)
18	A1050	4.0	2150
19	A2017	5.0	2050
20	A5052	6.0	2300
21	A6061	3.2	2100
22	A7072	3.5	2050

被処理材は、第5表に示す様なアルミニウムまたはアルミニウム合金製の円板状部材 (外径19mm、厚さ1.0mm; 試験番号18~22) を用いた。

活性化処理は、アルゴンガスを導入し、アルゴンガスのガス圧力が0.6トルになる様に流量を調整し、500°Cの温度を保ちながら放電によるスパッタリングを1時間行なった。

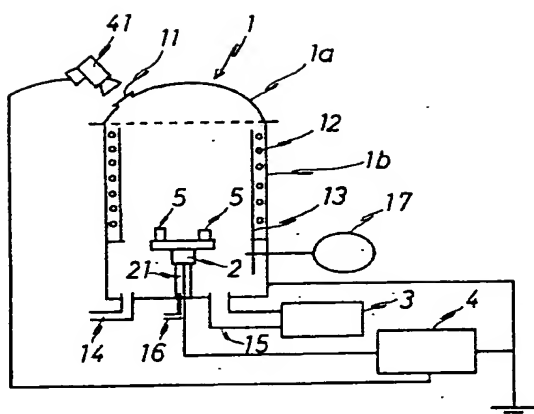
イオン窒化処理は、窒素ガスを導入し、窒素ガスのガス圧力が5トルになるように流量を調整し、475°Cの温度を保ちながらイオン窒化を10時間行なった。

これにより、被処理材表面には、それぞれ窒化アルミニウム (AlN) の黒色の層が形成された。得られた窒化アルミニウム被膜層の層厚測定を行なった。その結果を第5表に示す。また、その断面硬さを斜め研摩して測定した。その結果を第5表に併わせて示す。断面硬さ試験の結果、何れもHV2000以上の値を示した。

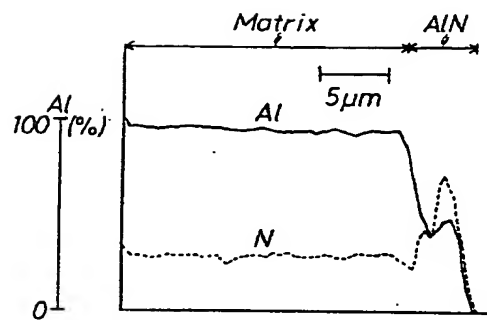
4. 図面の簡単な説明

図は本発明の実施例を示し、第1図は本発明の実施例1で用いられたイオン窒化装置の概略図、第2図および第3図は実施例1で得られた被処理材の被膜層に関するもので、第2図はその断面の金属組織を示す顕微鏡写真図 (倍率1000倍)、第3図はその表面部のアルミニウムと窒素成分のEPMA分析図、第4図および第5図は実施例4で得られた被処理材の被膜層に関するもので、その摩耗量を示す図である。

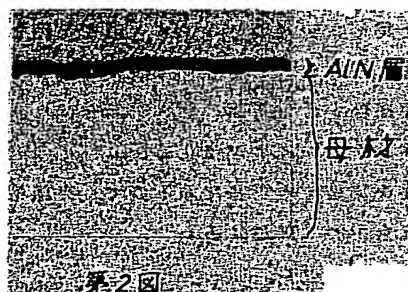
1 ... 密閉容器 2 ... 基台 3 ... 真空ポンプ
4 ... 電源回路 5 ... 被処理材



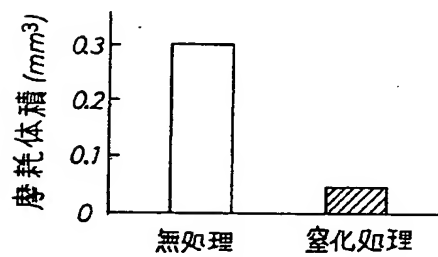
第1図



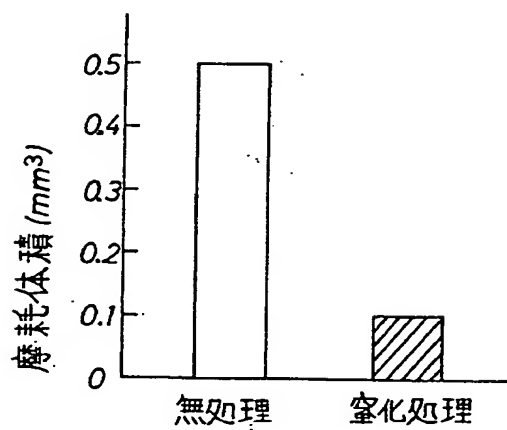
第3図



第2図



第4図



第5図

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-211061

(43)Date of publication of application : 23.10.1985

(51)Int.Cl.

C23C 8/36

(21)Application number : 59-068208

(71)Applicant : TOYOTA CENTRAL RES & DEV LAB
INC

(22)Date of filing : 05.04.1984

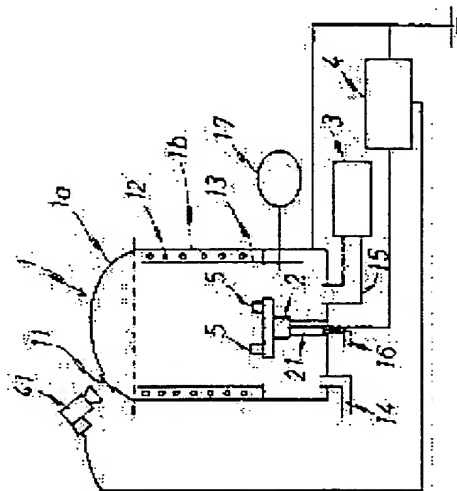
(72)Inventor : TACHIKAWA HIDEO
SUZUKI TAKATOSHI
FUJITA HIRONORI
ARAI TORU

(54) ION-NITRIFYING METHOD OF ALUMINUM MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To form a high-hardness film on the surface by placing Al or an Al alloy in a hermetic vessel, removing the remaining oxygen in the vessel, then heating the Al, activating the surface, introducing gaseous nitrogen, and generating glow discharge.

CONSTITUTION: An anode plate 13 made of stainless steel is installed in a hermetic vessel 1, and an Al material or an Al alloy material 5 is placed on a base stand 2 as a cathode. The air in the hermetic vessel 1 is evacuated with a vacuum pump 3 to remove oxygen. Gaseous hydrogen is supplied while heating the inside of the furnace with 12, and then evacuated. Said process is repeated plural times to evacuate the remaining oxygen completely. A DC voltage is impressed between both electrodes 2 and 13 to generate electric discharge, and the Al 5 is heated by the impact of ions to a temp. at which Al is nitrified. Then the atmosphere in the hermetic vessel 1 is replaced with rare gases such as He, Ne, and Ar, and the electric discharge is generated to activate the surface of the Al 5. Subsequently, the inside of the hermetic vessel is replaced with NH₃ or a gaseous mixture of N₂ and H₂, and the low discharge is applied to form an AlN layer having high hardness and excellent abrasion resistance on the surface of the Al 5.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office